

IN THE UNITED STATES PATENT & TRADEMARK OFFICE



In Re Application of :
Toshiya HAGIHARA et al. : Group Art Unit: 1765
Serial No.: 09/842,769 :
Filed: April 27, 2001 : Examiner: UMEZ ERONINI
Lynette T.

For: ROLL-OFF REDUCING AGENT

DECLARATION UNDER 37 C.F.R. 1.132

MS AF
Commissioner for Patents
P. O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

I, Shigeo FUJII, residing in Wakayama-shi, Wakayama-ken, Japan, hereby declares and states as follows:

1. That I am one of the co-inventors of U.S. Application Serial No. 09/842,769 filed on April 27, 2001, entitled ROLL-OFF REDUCING AGENT. I am thoroughly familiar with the contents of said Application, its prosecution before the United States Patent and Trademark Office and the references cited therein.

2. That I am a graduate of Graduate School of Osaka Prefecture University, Faculty of Engineering in the year 1982, majoring in applied chemistry.

3. That I have been employed in Kao Corporation in the year 1982 and have been assigned to the Research Laboratories.

4. That I have been involved in the research and development of polishing composition since 1998.

5. That the following experiments were conducted by myself or under my direct supervision and control in order to verify that the present invention exhibits superior effects in the combined use of α -alumina and intermediate alumina as compared to fumed alumina alone.

EXPERIMENT

Experimental Examples 1 to 11

There were mixed together an abrasive (the same abrasive as those used in Examples III-1 to III-8 and Comparative Examples III-1 to III-5; α -alumina (purity: 99.9%) having average primary particle size: 0.25 μm , average secondary particle size: 0.65 μm) in an amount and ratio shown in Table A, 0.15 parts by weight of citric acid as Compounds (A), 0.5 parts by weight of itaconic acid as Compounds (B), an intermediate alumina (θ -alumina having a specific surface area: 106 m^2/g , average particle size: 0.22 μm) in an amount and ratio shown in Table A as Compounds (C), and balance ion-exchanged water, to give a composition as shown in Table A with stirring.

Here, in Experimental Example 1, the composition was prepared without addition of the intermediate alumina, and only the α -alumina was added in an amount of 8 parts by weight. Also, in Experimental Example 11, only a fumed alumina (commercially available from Aerosil Japan under the trade name of AEROXIDE® Alu C (Aluminium Oxide C); δ -alumina: Lot: 3164051675; Annex I)

was added in an amount of 8 parts by weight instead of α -alumina and the intermediate alumina. In Experimental Examples 2 to 10, α -alumina and the intermediate alumina were so added that the sum of their amounts is equal to 8 parts by weight. The evaluations for the polishing rate, the surface roughness, the roll-off and the surface defects (pits) were carried out in the same manner as in the present invention.

In addition, the surface roughness and the roll-off were indicated as a relative value on the basis that the values of Experimental Example 1 are 100, respectively. The results are shown in Table B.

It was clarified that the fumed alumina does not contain α -alumina from X-ray diffraction data (Annexes II, III), and the fumed alumina is identified as δ -alumina by the materials supplied by the manufacturer (Annex IV).

Annex I: A copy of the home page information about fumed alumina in which it is shown that the AEROSIL produces fumed alumina and its product name is AEROXIDE® Alu C (Aluminium Oxide C).

Annex II: X-ray diffraction data of the fumed alumina (AEROXIDE® Alu C)

Annex III: X-ray diffraction data of α -alumina

Annex IV: A pamphlet of Aerosil Japan "TECHNICAL BULLETIN AEROSIL®, No. 15," 1991. The underlined portion on page 9 of the pamphlet is translated as follows.

"Aluminium Oxide C should be crystallographically classified in the δ -group even though the compound is produced in an oxyhydrogen flame. Figure 7 shows the determination results by X-ray diffraction thereof."

Table A

Experimental Example No	Amount of α -Alumina (Parts by Weight)	Compounds (C)	Amount (Parts by Weight)	Ratio *1	Compounds (A)	Amount of Compounds A (Parts by Weight)	Compounds (B)	Amount (Parts by Weight)	pH
1	8	θ -Alumina	0	0	Citric Acid	0.15	Itaconic Acid	0.5	2
2	7.96	θ -Alumina	0.04	0.5	Citric Acid	0.15	Itaconic Acid	0.5	2
3	7.92	θ -Alumina	0.08	1	Citric Acid	0.15	Itaconic Acid	0.5	2
4	7.84	θ -Alumina	0.16	2	Citric Acid	0.15	Itaconic Acid	0.5	2
5	7.69	θ -Alumina	0.31	4	Citric Acid	0.15	Itaconic Acid	0.5	2
6	6.67	θ -Alumina	1.33	20	Citric Acid	0.15	Itaconic Acid	0.5	2
7	5.71	θ -Alumina	2.29	40	Citric Acid	0.15	Itaconic Acid	0.5	2
8	4.71	θ -Alumina	3.29	70	Citric Acid	0.15	Itaconic Acid	0.5	2
9	4	θ -Alumina	4	100	Citric Acid	0.15	Itaconic Acid	0.5	2
10	3.636	θ -Alumina	4.36	120	Citric Acid	0.15	Itaconic Acid	0.5	2
11	0	Fumed Alumina (δ -Alumina)	8	Infinite	Citric Acid	0.15	Itaconic Acid	0.5	2

Note *1: The ratio of the intermediate alumina based on 100 parts by weight of α -alumina.

Table B

Experimental Example No	Ratio *1	Polishing Rate (-)	Surface Roughness (-)	Roll-Off (-)	Surface Defects (Pits)
1	0	100	100	100	B
2	0.5	103	97	93	A
3	1	108	99	89	A
4	2	118	95	90	S
5	4	124	90	83	S
6	20	140	82	82	S
7	40	134	77	86	S
8	70	128	70	86	S
9	100	124	68	91	S
10	120	115	70	98	S
11	Infinite	41	62	133	A

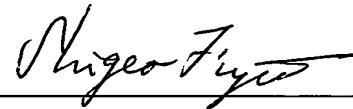
Note *1: The ratio of the intermediate alumina based on 100 parts by weight of α -alumina.

RESULTS AND DISCUSSION

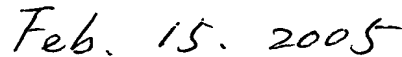
As shown in Tables A and B, when the intermediate alumina is used together with α -alumina in an amount of 1 to 100 parts by weight based on 100 parts by weight of the α -alumina, the resulting compositions are excellent in all of polishing rate, surface roughness, roll-off and surface defects. On the other hand, when the fumed alumina which essentially consists of δ -alumina is used in the composition in place of the combined use of the α -alumina and the intermediate alumina, the resulting composition has drastically poorer properties in polishing rate and roll-off.

6. The undersigned petitioner declares further that all statements made herein of his own knowledge are true and that all statements made on information and belief are believed to be true; and further that these statements were made with the knowledge that willful false statements and the like so made are punishable by fine or imprisonment, or both, under Section 1001 of Title 18 of the United States Code and that such willful false statements may jeopardize the validity of this application or any patent issuing thereon.

7. Further declarant saith not.



Shigeo FUJII



Date

	Z E 3 9	X
--	---------	---

ト	セ	ウ	ト	×
---	---	---	---	---

select your region - contact first

[REGISTER](#)
[LOGIN](#)

[Solutions & Products](#)

[Solution Finder](#)

[Product Groups](#)

[Hydrophilic Products](#)

[Hydrophobic Products](#)

[Fumed Mixed Oxides](#)

[Fumed Metal Oxides](#)

[Special Products](#)

[Dispersions](#)

[Industries](#)

[Service Center](#)

[About us](#)

[Safety & Handling](#)

[Contact](#)

[Careers](#)

AEROSIL®

Invented to improve

Hydrophilic Fumed Metal Oxides

AEROSIL® grades	BET Surface Area [m ² /g]	Loss on Drying [Gew. %]	pH	Chemical Composition
AEROXIDE® Alu C	100 ± 15	≤ 5.0	4.5 - 5.5	Al ₂ O ₃
AEROXIDE® TiO ₂ P25	50 ± 15	≤ 1.5	3.5 - 4.5	TiO ₂
AEROXIDE® TiO ₂ P25 S	50 ± 15	-	-	TiO ₂
AEROXIDE® TiO ₂ P25 S	57.5 ± 12.5	≤ 2.0	3.5 - 4.5	TiO ₂ /Fe ₂ O ₃

The data have no binding force. Any parameter should be specified individually if necessary.

The AEROSIL® manufacturing process can also be applied to produce fumed aluminum and titanium oxides. The treatment processes mentioned previously are also applicable here and result in a wide range of fine particle products with extraordinary properties.

AEROXIDE® Alu C is a pure aluminum oxide with a hydrophilic character. In water, it displays a positive zeta potential. Its primary use is as a free flow agent, and it regulates triboelectric effects.

AEROXIDE® TiO₂ P 25 is a titanium dioxide without pigment properties and an anatase/rutile ratio of approximately 80:20. Thanks to its purity and fine particle size, it may be used as a catalyst support or as a heat stabilizer for



nder: Please select your region

NEWS X

CONTACT X

silicone rubber. The size of its primary particles, which are in the nanometer range, sets it well aside from pigment types manufactured according to other processes.

AEROXIDE® TiO2 P 25 S is a special grade produced in compliance with GMP (Good Manufacturing Practice) to meet the demands of cosmetic applications (UV filters). AEROXIDE® TiO2 PF 2 contains small amounts of iron oxide, providing an even better heat resistance in silicone rubber.

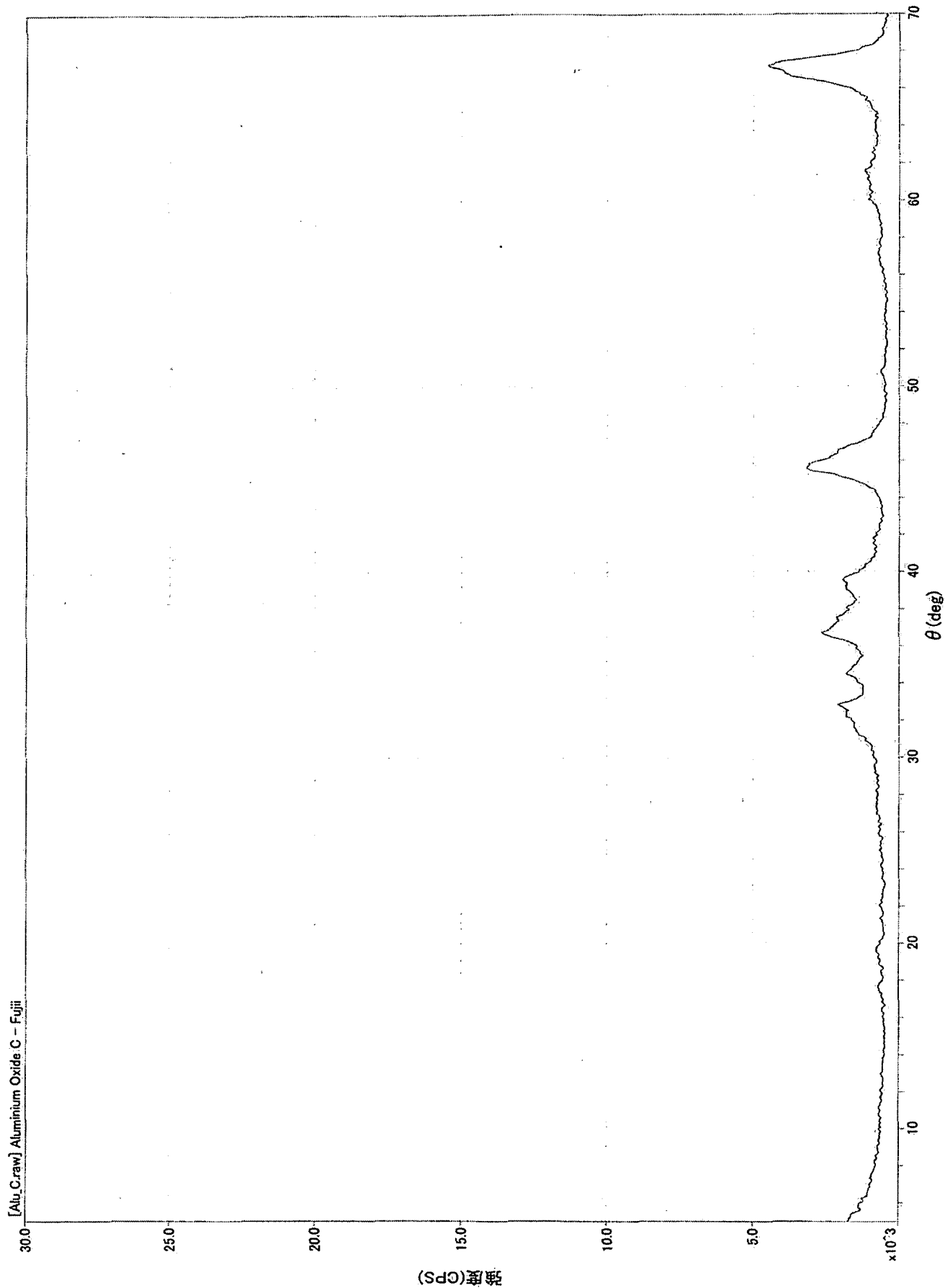
Positive Effects:

- UVA/UVB protection in cosmetics and sunscreen products
- Free-flow in powder coatings
- Heat stabilization of silicone elastomers
- Optimization of adsorption properties, e.g. ink jet applications

TOP

FUMED ALUMINA

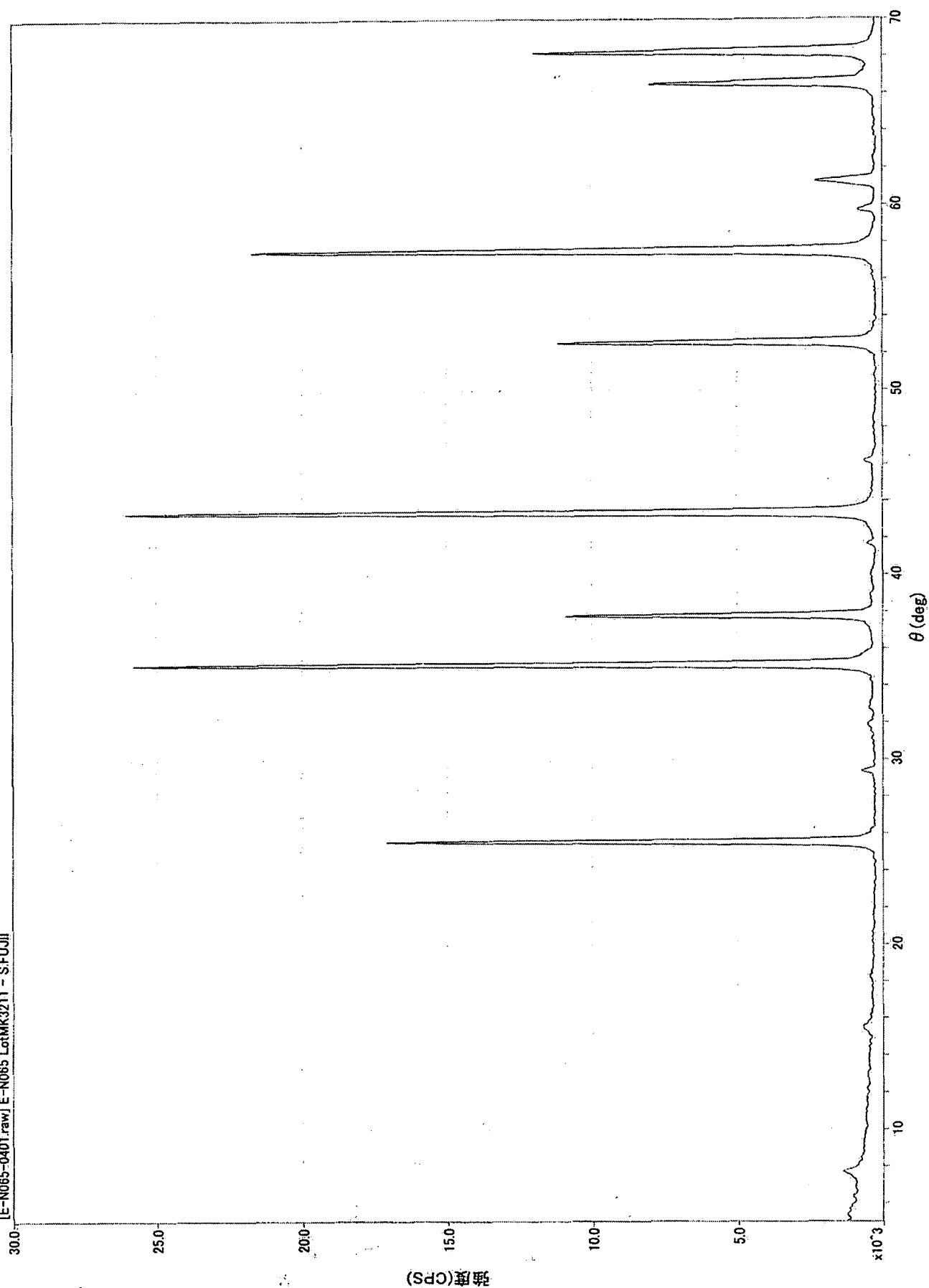
Annex II



α -ALUMINA

Annex III

[E-N065-0401.raw] E-N065 LotMK3211 - SFUJII



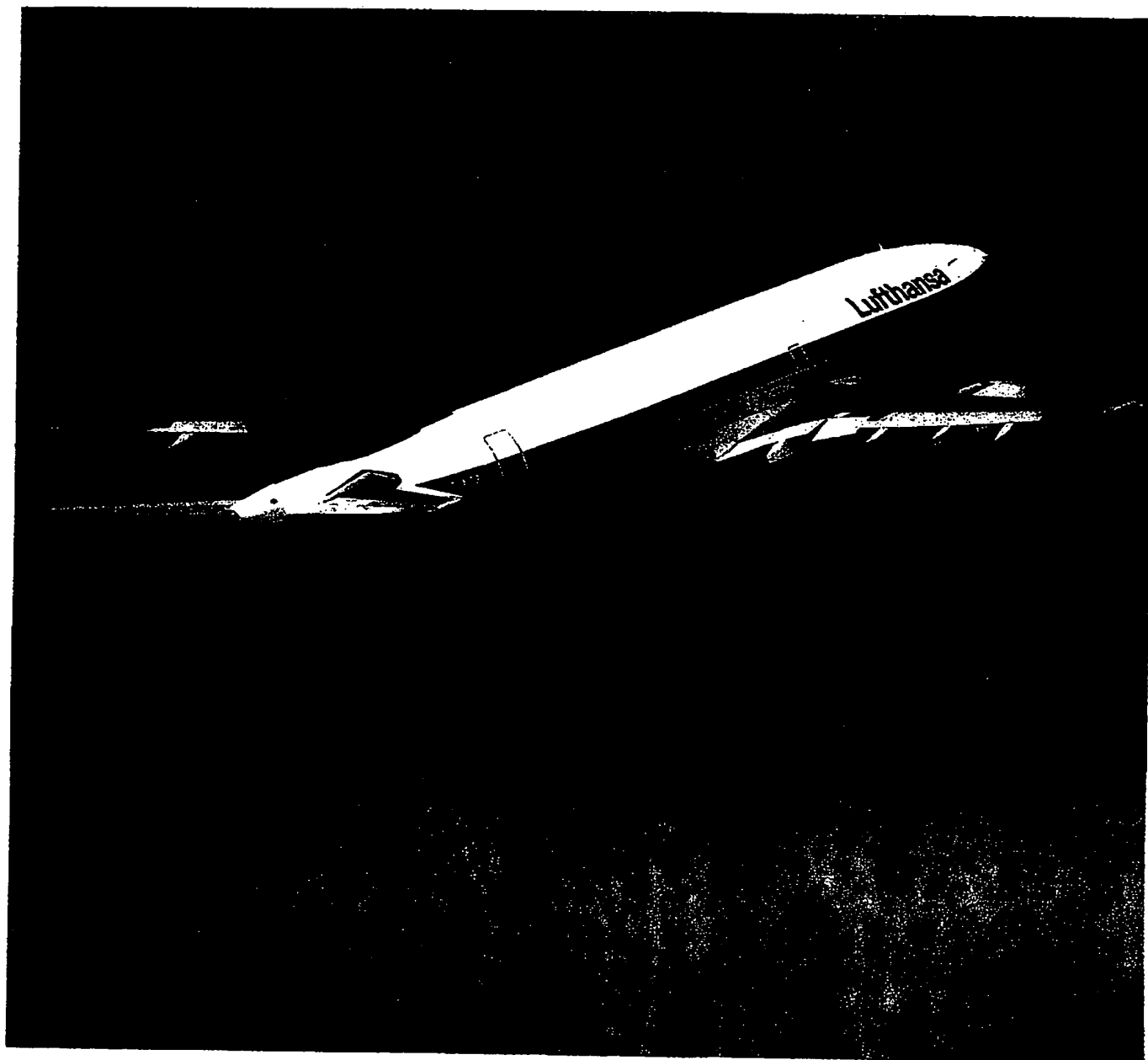
TECHNICAL BULLETIN AEROSIL®

Annex IV

AEROSILプロセスにより製造されるAluminium Oxide C
及びTitanium Dioxide P25

No.15

日本アエロジル株式会社



乾式法の AEROSIL プロセスによって Aluminium Oxide C, Titanium Dioxide P25 や試作品の酸化ジルコニウムも製造されている。これらの製品は、その応用に於て特別な性質（その中でも極めて微粒子であることを特徴とする）のために数多くの工業分野で普及している。その応用分野は、白熱灯のコーティングから触媒製造、さらにシリコーンゴムからエレクトロニクスにまで及んでいる。

このカタログは上記3種類の金属酸化物の基本的な性質と用途について概要を示したものである。

内容目次

1	製造方法と基本特性	3
1.1	はじめに	3
1.2	製造方法	3
1.3	基本特性	5
2	詳細な特性	6
2.1	Aluminium Oxide C	6
2.2	Titanium Dioxide P25	13
2.3	酸化ジルコニウム試作品	18
3	疎水化	20
4	分散液	21
5	応 用	22
5.1	Aluminium Oxide C	22
5.2	Titanium Dioxide P25	27
5.3	酸化ジルコニウム試作品	30
6	産業衛生および安全性	30
7	文 献	31
	DIN 安全データシート	33
	高分散性金属酸化物の物理化学データ	35

表紙写真：

ドイツ・ルフトハンザ航空のエアバスA310。航空機製造の分野でも高分散性の金属酸化物が使われる。例えばAluminium Oxide Cは探傷剤用粉体に、またTitanium Dioxide P25は窓用コーキング材の防炎成分として使われている。

1

製造方法と基本特性

1.1

はじめに

このカタログに記載する3種類の高分散性の金属酸化物はそれぞれの塩化物を高温加水分解して製造する。この方法は1941年にデグサ社によって開発され、特許申請されている(1)。その開発の目的は、ゴムの補強充填剤としての“白いカーボンブラック”を得ることであった。そこで四塩化珪素を蒸発させて酸水素炎中で加水分解した。反応生成物は二酸化珪素であり、その平均粒子は(カーボンブラックと同様)コロイド領域であった。この製品は今日ではいくつかのバリエーションで大規模に製造されており、“AEROSIL”の商品名で数多くの工業分野で応用されている(2)。

無機固体の“火災生成”もカーボンブラックやAEROSILに限定されたままであるわけではなく、他の金属化合物の加水分解または酸化に於て経済的な重要性を持っている(3)。

1.2

製造方法

AEROSILプロセスの基礎は、酸水素反応の際に発生する水の存在のもとで、またそのような反応に特徴的な温度において、気体状の金属塩化物を加水分解することである。

高分散性の金属酸化物は次のような化学式によって生成される。

Aluminium Oxide C



Titanium Dioxide P25



酸化ジルコニウム試作品



原則としてこの方法によれば蒸発と加水分解が可能ないかなる金属化合物からでも然るべき高分散性の金属酸化物を得ることができる。デグサ社の研究所ではすでに次のような化合物が製造されている。

酸化アンチモン(III)、酸化クロム(III)、酸化鉄(III)、酸化ゲルマニウム(IV)、酸化バナジウム(V)、酸化タングステン(VI)

それぞれの塩化物の混合物を意図する比率で原料として使用することにより、高温加水分解で混合金属酸化物を得ることもできる。現在のところ商業ベースで製造されている混合金属酸化物はAEROSIL MOX 80とAEROSIL MOX 170だけである。これらは約99%の二酸化珪素に約1%の酸化アルミニウムを含んでいる。増粘効果が低いためこれらはとくに水分散系として使用される。

図1はAluminium Oxide CとTitanium Dioxide P25の荷姿である。

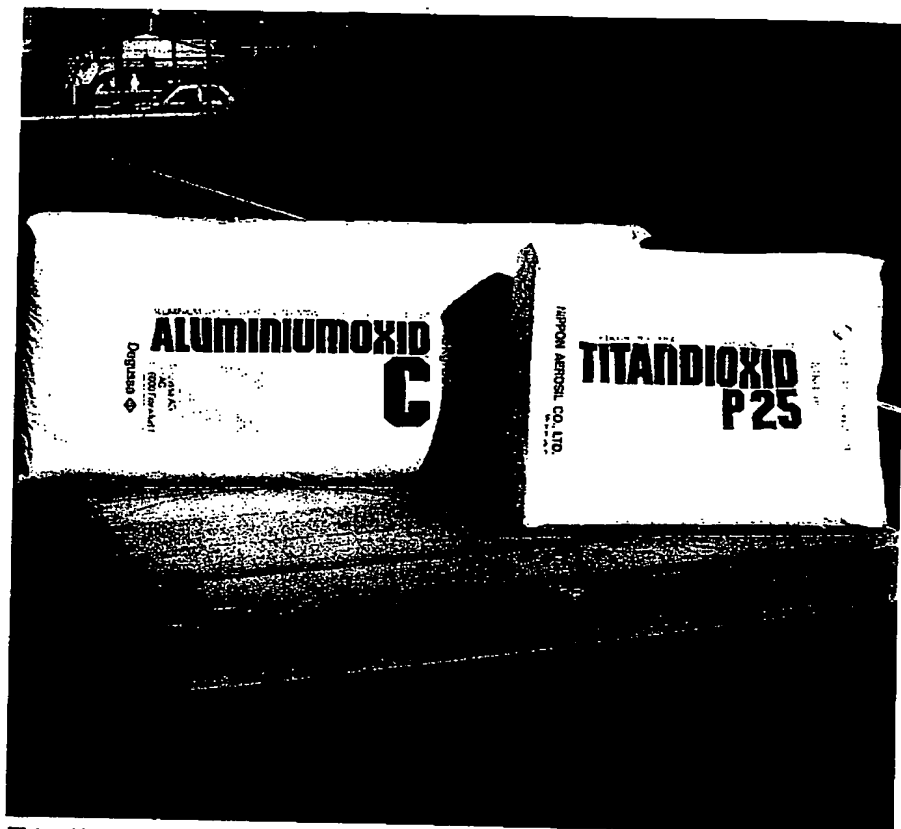


図1 : Aluminium Oxide CとTitanium Dioxide P25の荷姿

1.3

基本特性

前述の3種類の金属酸化物の粒子は、電子顕微鏡で観察すると角の丸い立方体の形をしている。これらはAEROSILと同様、内部表面積を全く持たない。この事実、BET法(4)によって測定した表面積と電子顕微鏡写真の観察によって得た比表面積が一致することから推測することができる。窒素の吸着と脱着の際に、中孔の存在を示唆するような結果も見られたが、それらは確認されたわけではないし、凝集粒子の粒子間の空隙の存在によって説明のつくことであった。ここで、高分散性の金属酸化物では空間占有率が非常に僅かであるということをはっきり述べておこう。

Aluminium Oxide Cにおいて見掛け比重が50 g/l、空気比較式比重びんで測定した密度が3.2g/mlであるという前提に立てば、空間占有率は1.6%にしかない。

すなわち粉体1リットルのうち97.5%は空気ということになる。このように極めて弛やかな凝集体であることは、混和性あるいは分散性といった応用技術上の挙動にとっては非常に重要である。

高温反応による金属酸化物の場合、再現性のある形で測定でき、DIN 53206にも定義されているような集塊粒子は存在しない。実際に見られる集塊粒子の大きさは“前歴”と処理条件に依存する。そこで、袋の中でこぶし程度の大きさの集塊粒子が生成することは大いに考えられる。これらは液体の系において強力な分散によって一次粒子の大きさの数倍のものに分散され得る。この挙動は水相から得られ、最終的な集塊粒子の大きさが乾燥方法ないし乾燥後の粉砕によって決まるような金属酸化物の挙動とは対照的である。一次粒子、凝集粒子そして集塊粒子という問題は日本アエロジル社のカタログNo.10に詳述されている。

高温加水分解によって得られる金属酸化物の純度は99%以上である。そのひとつの理由は、蒸留によって塩化物の純度を比較的充分に高められるということである。

副産物として比較的多量に発生する塩酸はプロセスを工夫することで充分に除去することができる。残留する塩酸は実際の応用上無視できる程度である。

0,1 μ m

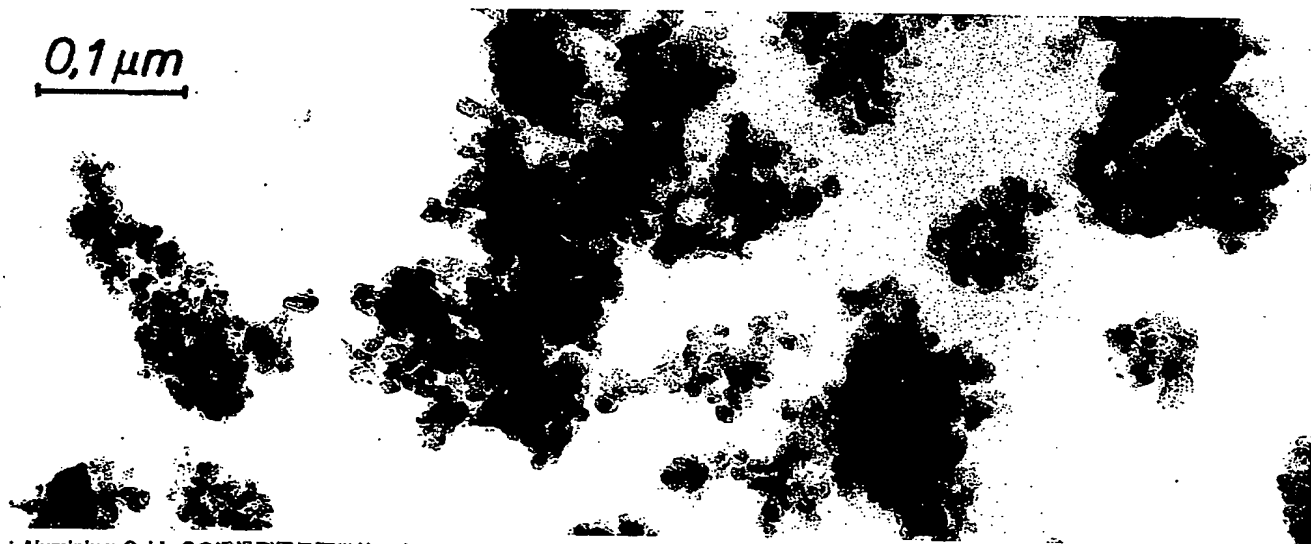


図2：Aluminium Oxide Cの透過型電子顕微鏡写真

2

詳細な特性

2.1

Aluminium Oxide C

Aluminium Oxide Cは、一次粒子の平均径が約13nm、比表面積がおよそ100m²/gである。

アルミン酸塩溶液から水酸化アルミニウムを沈澱させ、引続き焼成することによって製造される酸化アルミニウムは、大きさが μ mのオーダーの粒子でできている。大表面積の酸化アルミニウムゲルは、Aluminium Oxide Cとは対照的に内部表面積の割合が大きい。

図2はAluminium Oxide Cの透過型電子顕微鏡写真である。

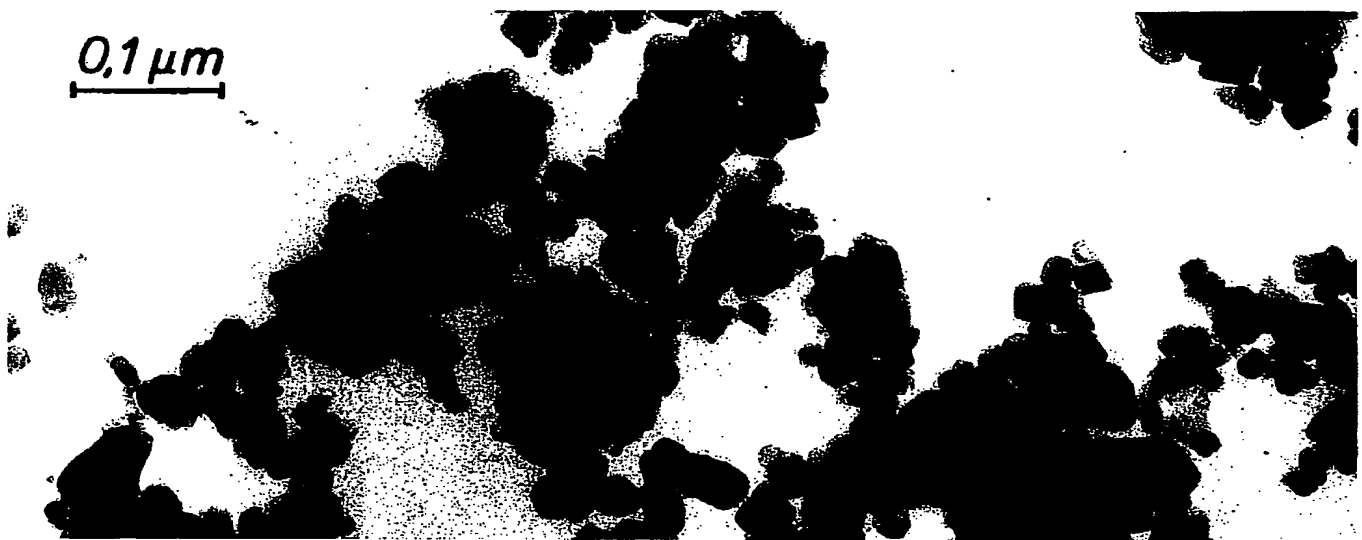


図3 : Titanium Dioxide P25の透過型電子顕微鏡写真



図4 : 酸化ジルコニウム試作品の透過型電子顕微鏡写真

これに関連して、比表面積も比重のひとつの関数であって、*重い*金属酸化物では相応に大きめに見ておかなければならないということを指摘しておく。図5に、比重との対比でBET法表面積を示す。

Aluminium Oxide Cの見掛け比重は約50g/ℓである。粉体塗料への使用や、固結する傾向のある粉体の流動性改善剤として応用できる。

Aluminium Oxide Cを水に分散させ、続いて乾燥して、粉碎することによって見掛け比重をおよそ500g/ℓにすることができる。高純度の石英ガラスを作るために、フェームドシリカを圧縮させるのにこの方法を応用した（もちろん粘度低下剤は添加した）ところ、やはり良い結果が得られている(5)。図6に、一般に上市されているAluminium Oxide C（見掛け比重は約50g/ℓ）と、水への分散を通じて圧縮したもの（見掛け比重は約550g/ℓ）それぞれ10gを示す。

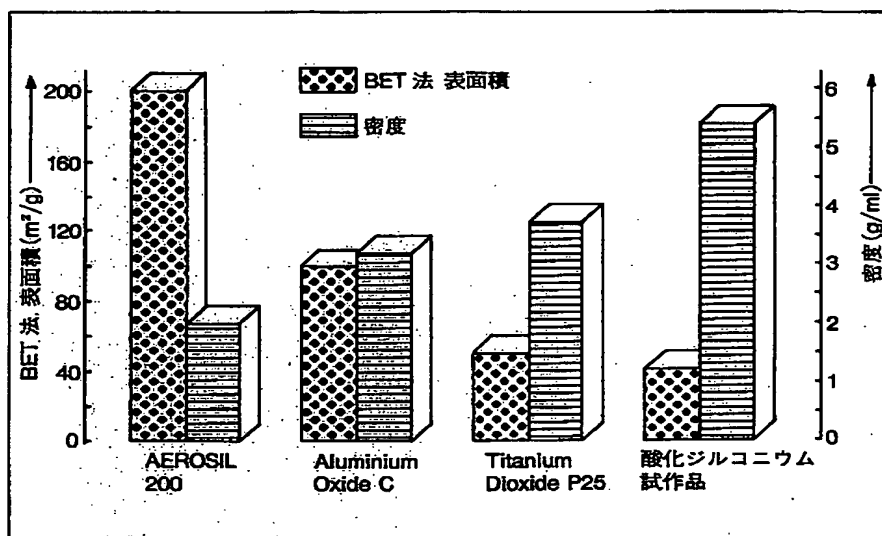


図5：比重との対比における高分散性金属酸化物のBET法 表面積

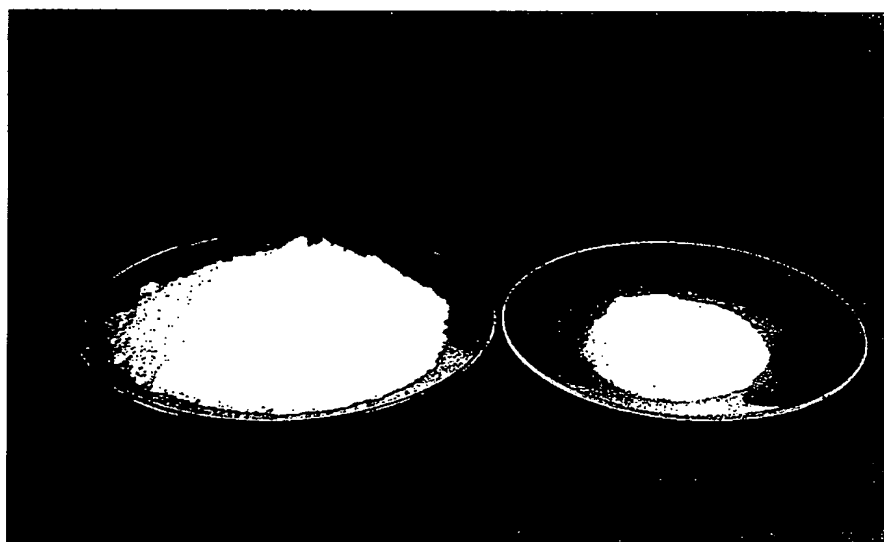


図6：左) 上市されているAluminium Oxide C（見掛け比重は約50g/ℓ）10g
右) 湿式で圧縮したAluminium Oxide C（見掛け比重は約550g/ℓ）10g

酸化アルミニウムには主として2つの結晶形態が見られる。熱力学的に安定した α 形と不安定な γ 形である。後者は結晶学的にさらに γ グループと δ グループに分けることができる。 α 形が生じるのは酸化アルミニウムを1200°C以上に加熱したときである。

他の両方のグループは、それぞれ750°C未満ないし750°C~1000°Cで水酸化アルミニウムを脱水することによって生じる(6)。 γ 形酸化アルミニウムでは酸素イオンが立方最密の球状充填を成しており、その正八面体および四面体の隙間は統計的にアルミニウムイオンで占められている(尖晶石に類似)。これに対し α 形酸化アルミニウムは六方最密の球状充填をベースにしており、そこでは正八面体の隙間の3分の2にはアルミニウムイオンが入っている。

Aluminium Oxide Cは酸水素炎中で生成するにもかかわらず、結晶学的にはもっぱら δ グループに分類すべきものである。図7は相応のX線回折による測定結果である。

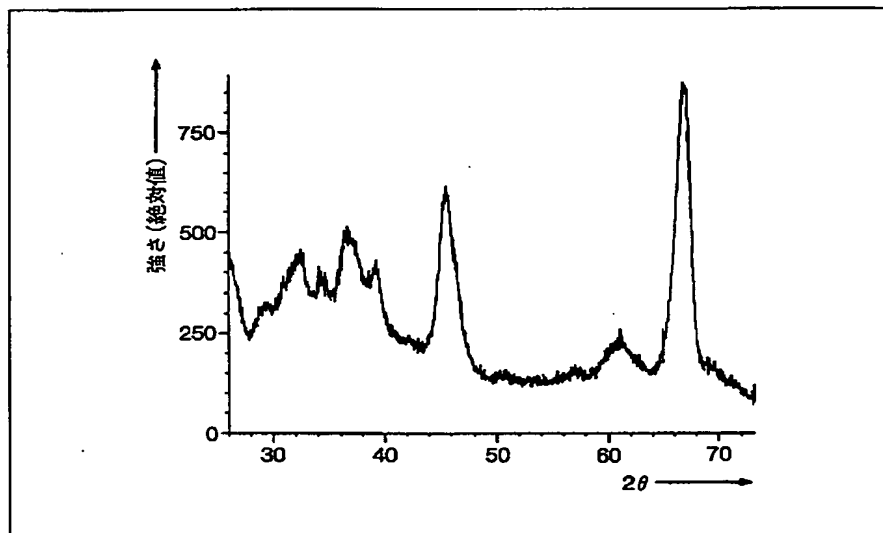


図7：Aluminium Oxide CのX線回折計による測定

Aluminium Oxide Cを1200°C以上に加熱すると α 形への変換が起こり、それに伴って比表面積が小さくなり一次粒子が大きくなる。上記の熱処理をすることによって期待通りに硬さと研磨性が向上する。

Aluminium Oxide Cは表面に水酸基を持っており、これは水中で弱アルカリ反応する。PERIは、水和酸化アルミニウムの脱水を行った時に、隣合った酸素原子の数の違いによる5種類のOH基があることを、赤外線分光分析によって実証している。

水の除去が完全であるならば粒子の表面は、5つの酸素イオンのみによって配位され、ルイス酸の中心となるアルミニウムイオンが存在する。これらはピリジンを配位することがあり、あるいは水を吸収することによって再び水酸基を形成することもある(7)。

水中に浮遊している金属酸化物における帯電密度および電気的な二重層の問題については(8)を参照されたい。塩化物含有量が約2500ppmのAluminium Oxide Cの4%分散水のpH値は4.2である。塩化物含有量がわずか50ppmの高脱塩酸試料のpH値は7.5である。この調査結果は、Aluminium Oxide Cが塩基性であること、そして塩酸痕跡がpH値に対して著しい影響を持っていることをはっきり示している。等電点はpHが9のとき(9)00であり、これよりも大きい値ではAluminium Oxide Cの粒子は負の帯電状態にある。図8はAEROSIL OX 50、Titanium Dioxide P25および酸化ジルコニウム試作品と対比させながらpH値との関係でAluminum Oxide Cのゼータ電位を示したものである。

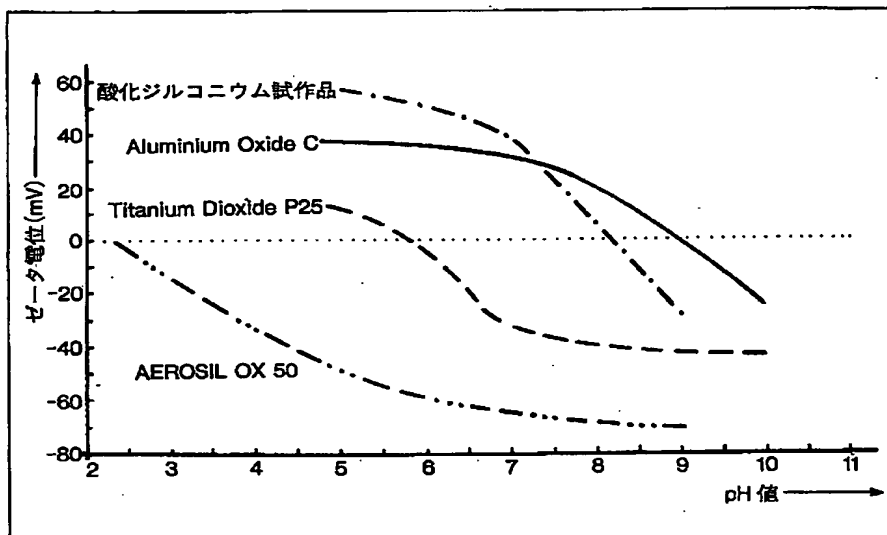


図8：Aluminium Oxide C、Titanium Dioxide P25および酸化ジルコニウムのゼータ電位

リノール酸メチルエステルのAluminium Oxide Cの6%分散液に、酸素の存在のもとで紫外線を照射したところ、有機成分の著しい酸化が見られた。赤外線分光分析によって、Aluminium Oxide Cは最初に発生するヒドロ過酸化物のカルボニル化合物への転換を加速し、それによりラジカル濃度の上昇とそれとともなう一次反応のさらなる進行を引き起こすことが観察された。紫外線がなくても反応は同様な形で推移するが、はるかに遅い。

この場合少量の鉄不純物も役割を演じるが、それはEDTAと複合化することによって排除することができる(10)02。上記の反応においてAluminium Oxide Cの酸化触媒的作用がAEROSIL 200と比べて強いのは、あきらかに表面化学のちがいに基づいている。

水酸基は弱塩基であるにもかかわらず重水素化することができ、重水素を飽和炭化水素および不飽和炭化水素の水素と置換することができる。この反応速度をAluminium Oxide Cについて330°Cで赤外線分光によって調べたところ、次のような順序で低くなることが分かった(13)：

ヘキセン > ベンゼン > トリメチルペンタン >
ヘキサン > メチルシクロペンタン >
シクロヘキサン

水中のAluminium Oxide Cへのフタル酸、サリチル酸、シュウ酸あるいはクエン酸のような有機酸の吸着ないしはアルミニウム複合体を形成しながらの分解を詳しく検討した。分解についてはふたつのメカニズムが論じられている。

最初の例では粒子表面の陽子化が律速段階であり、第2の例では配位子濃度が決定的である。予想通りpH値が果たす役割は比較的小さい(14)(15)。海水からの銅イオンの吸着も測定されている。この場合、天然の有機質の溶解性化合物が複合体形成ないし配位子の役目をした。pH値が7より大きいとAluminium Oxide Cの粒子の表面で遊離銅イオン(2+)及び複合化された銅イオン(2+)の吸着が起こるのに対し、それが3~7だと“配位子”の吸着しか見られない(16)。

Aluminium Oxide CはAEROSILと反対に静電的に正の帯電傾向がある。この効果はとくにプラスチック粉末と接触する際に見ることができる。ほとんどのプラスチックと較べて誘電率が5と高いことがこれについてのひとつの説明になる。というのはケーン(COEHN)の法則によれば2種類の物質が接触したとき誘電率の高い方が電氣的に正に帯電するからである。粒子表面が塩基性であることもやはりこの挙動に寄与していると考えられる。

粒子表面の水酸基は液中での酸化アルミニウムの増粘効果およびチキソトロピー改善効果の原因にもなっている。そこでは個々の粒子が水酸基を通じて相互作用を起こし、三次元の網目を形成する。この網目は攪拌または揺動によって機械的にこわれ、静止状態で再形成される。非極性液体中ではこの効果はとくに強く現れる。この増粘のメカニズムはそもそもAEROSILについて推定されたものであり、これは酸化アルミニウムの場合にもあてはまる。これに関する詳細は日本アエロジル社のカタログNo.12に示している。

AEROSILと組み合わせたAluminium Oxide Cには、極性液体の増粘とチキソトロピー改善の効果について実績がある。この場合にも三次元の網目が形成されるが、異なる粒子間の相互作用は静電気的性質のものと思われる。というのはAEROSIL粒子は酸性のシノラル基の解離によって、Aluminium Oxide Cとは逆に負の帯電になるからである。このメカニズムは2種類の逆に帯電したコロイドのプロキュレーションを想起させる。水の増粘とチキソトロピー改善の効果については84%のAEROSIL 200と16%のAluminium Oxide Cの混合物であるAEROSIL COK 84が最適であることが実証されている。その他の液体系では効果が最大になる混合比をケース・バイ・ケースで求めなければならない。

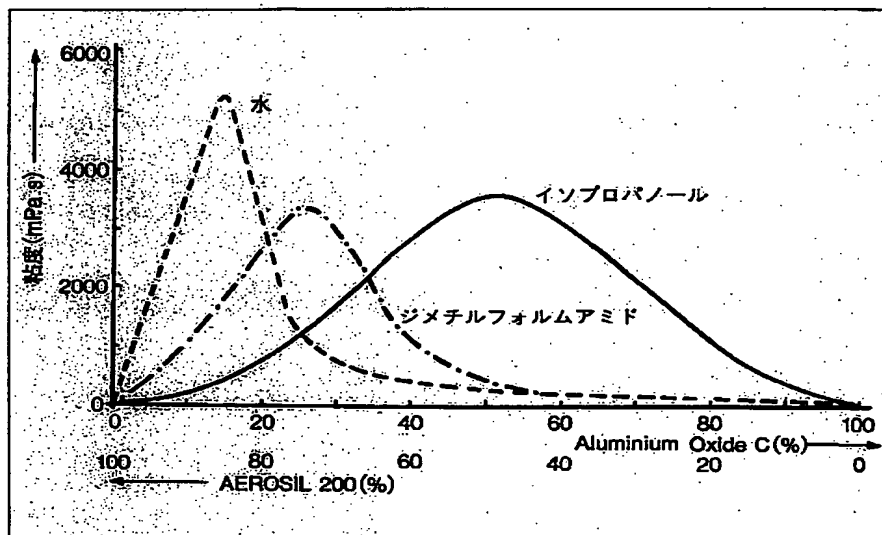


図9：AEROSIL 200とAluminium Oxide Cの混合物を3%加えた場合の極性液体に対する増粘効果

図9にAEROSIL 200とAluminium Oxide Cの混合物による極性液体に対する増粘効果を示す。

水系においてはAEROSIL COK 84の増粘効果およびチキソトロピー改善効果は、いくつかの有機物処理された粘土鉱物よりもやや低い、応用時には次のような利点を考慮に入れるべきである：

- 母体ペーストがまったく不要である。
- 事後的な増粘が問題なく可能である。
- 粘度が電解液に影響されることが少ない。
- 粘度が温度に対して比較的安定している。
- “反応性のある”有機成分がない。
- 純白の粉末である。

2.2

Titanium Dioxide P25

Titanium Dioxide P25は平均粒子の大きさが約21nm、比表面積が約50m²/gである。これは、顔料としての応用のために硫酸法または塩化法によって大規模に製造されており粒子径が約0.3μmの二酸化チタンよりはるかに小さい。顔料の二酸化チタンの比表面積は10m²/g程度である。図3はTitanium Dioxide P25の透過型電子顕微鏡写真、図10は一般に上市されている二酸化チタン顔料及びTitanium Dioxide P25の見掛比重を示している。

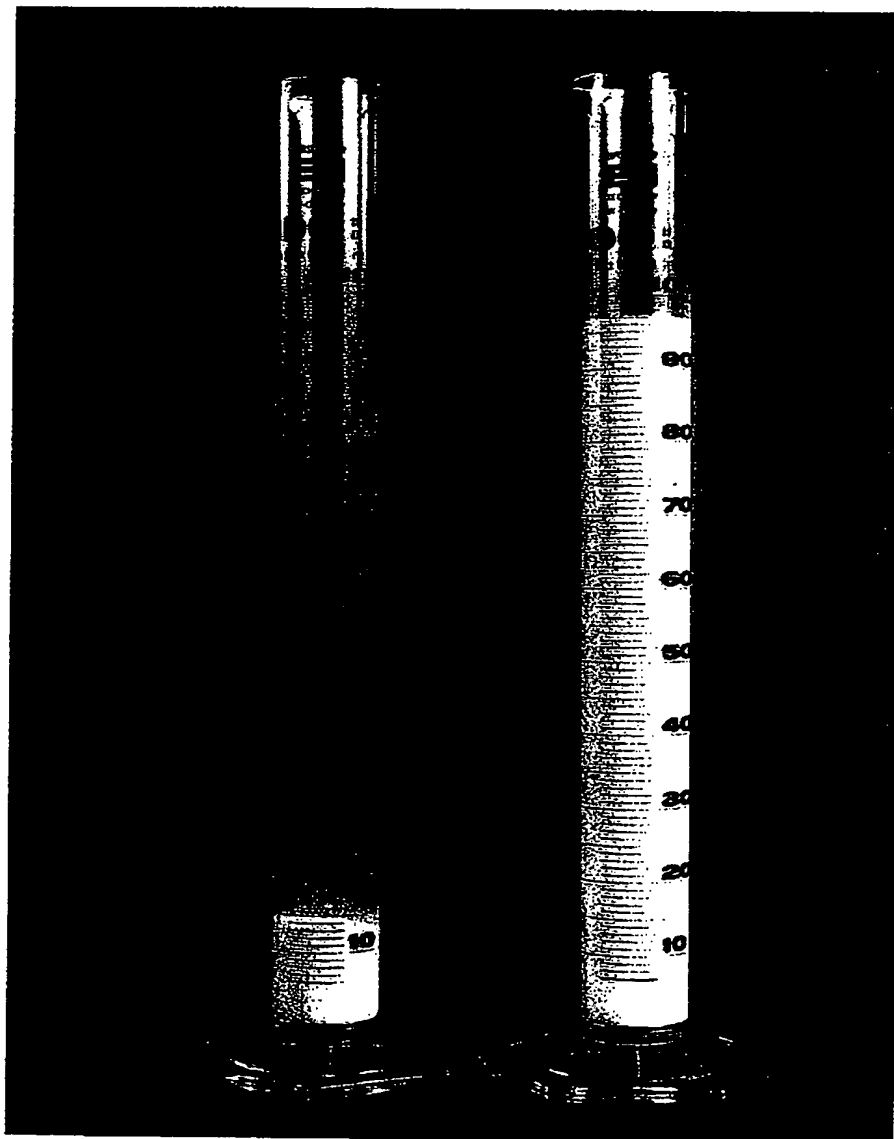


図10：一般に上市されている二酸化チタン顔料(左)とTitanium Dioxide P25(右)の見掛比重の比較

図22に示すのは、LEPANDIN 20と20%Titanium Dioxide P25の分散液ならびに30%酸化ジルコニウム試作品の分散液の、それぞれ放置6週間後の状態である。

5

応用

次に、とくに重要な応用について簡単に説明する。表1および3には上記の高分散性金属酸化物に関連した特許をリストアップしている。このリストは必ずしも完全なものではなく、これらの製品の多様な用途の概要を示したものである。

5.1

Aluminium Oxide C

蛍光管内の燐光物質にAluminium Oxide Cを添加すれば、光の放出を均一にし、静電粉体コーティングに於いてその流動性を改良し、ガラス表面への付着性を向上できる(43)。燐光物質のコーティングの前に、蛍光管の内面ガラス表面にAluminium Oxide Cを含む有機バインダーの膜を形成すれば、ガラス中のイオンによるアマルガム形成で黒色化する現象を少なくすることができる(41)(42)(43)。

点灯し易いため内面に酸化インジウムまたは酸化錫の導電層を設けてある蛍光管もある。この層にAluminium Oxide Cをコーティングして、あとから塗布される燐光物質の付着を確実にすることができる(44)。

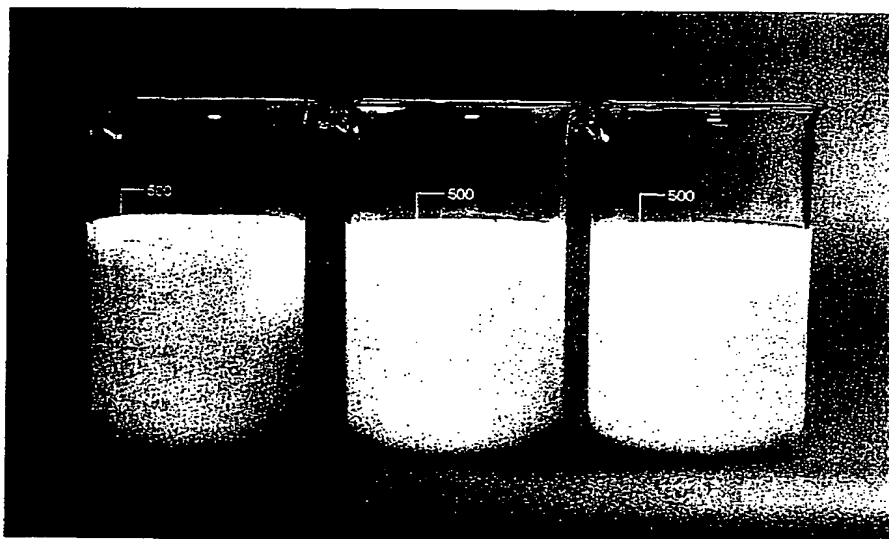


図22：LEPANDIN 20(左)、20%Titanium Dioxide P25(中央)ならびに30%酸化ジルコニウム試作品の分散液(右)の、それぞれ放置6週間後の沈降の比較

摩擦電気で塗布する粉体ラッカーの場合には、ポリテトラフルオロエチレン製の噴霧管との接触では、必要な正の電荷を確保するのに不十分なことが多い。Aluminium Oxide Cないし、CSを加えることによって、適正な膜厚が得られるまで粉体ラッカーの帯電性を向上させることができる(45)。もちろん粉体ラッカーの正の帯電性はAluminium Oxide Cによるコロナ放電の作用でも高めることができる。必要な添加量はおよそ0.5%である。

ほとんどすべてのプラスチック粉末は他の物質、とくに絶縁体との摩擦の際に、静電的に負に帯電するので、容器の周壁や配管において、望ましくない付着現象が起こる。Aluminium Oxide Cを約0.5%加えると、この電荷は中性になり、プラスチック粉末に望ましい流動性を与えることができる。PVC粉末のような、いくつかのプラスチック粉末ではAluminium Oxide Cを使わないで分級することはほとんど不可能である。図23は、0.5%のAluminium Oxide Cを含むPVC粉末とそれを含まないPVC粉末をガラス棒で摩擦したあとの状態を示す。

Aluminium Oxide Cは一般に、塊状になりやすい粉末の流動助剤として使うことができる。図24はこの効果を、様々な粉末を円錐形にした円錐カップの高さと、Aluminium Oxide C添加量との関係を示したものである。物質特性が異なるために高分散性のシリカの使用があまり効果的ではない場合には必ずこれが使われる。このようにAluminium Oxide Cは焼結金属粉末において、流動性の向上とモールドへの充填の均一化のみならず、成形品のモールドへの付着を大幅に減少させる効果がある。白熱灯の静電被膜にAluminium Oxide Cを使用すれば、被膜粉末の流動性のほかにガラスへの付着も向上する。

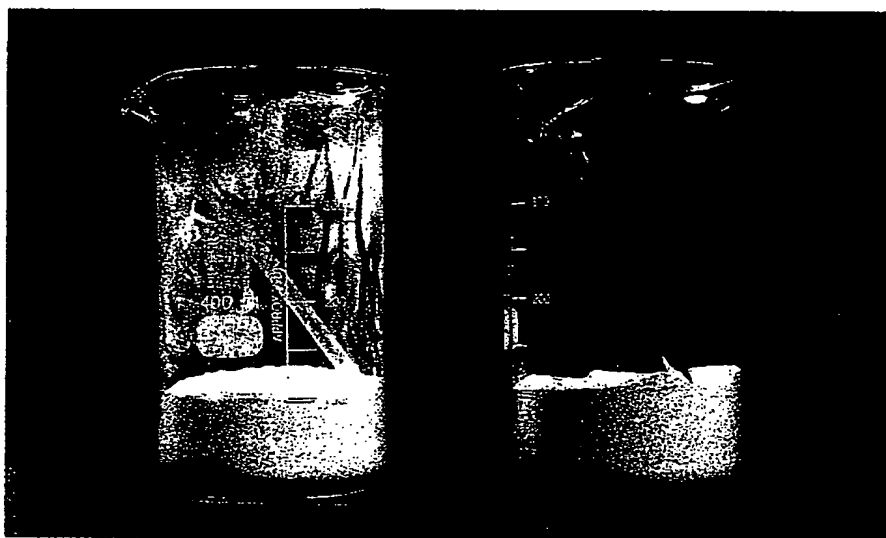


図23：ガラス棒で静電的に励起したあとの、0.5%のAluminium Oxide Cを含まない(左)PVC粉末とそれを含む(右)PVC粉末

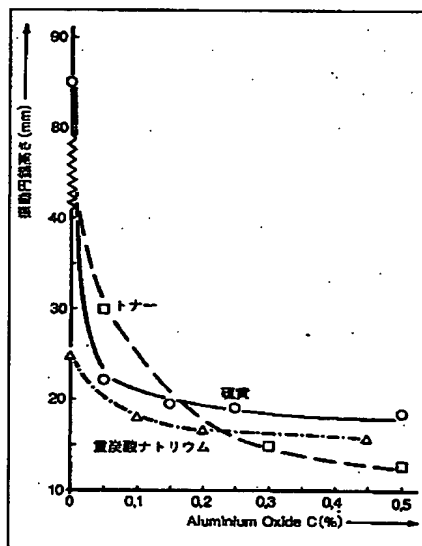


図24：Aluminium Oxide C添加量と様々な粉末の振動円錐高さとの関係

粒子が極めて小さいために、Aluminium Oxide CはAEROSILと同様に液体の増粘やチキソトロピー改善に、懸濁剤として使用することができる。この効果は非極性系でより強く現れる。これは塩化ゴム系コーティング剤あるいはゼルローズエーテルの懸濁水にAEROSIL 200といっしょに特殊エポキシ樹脂が使われる。乳濁液の安定化のためのPICKERING乳化剤としての使用も可能である。Aluminium Oxide Cの親水性のために、油が内部相、水が外部相となる。この挙動はBANKROFTの法則にしたがっておこなわれる。図25は、安定化剤として3%のAluminium Oxide Cを含まない、メチレンブルーで着色した50%フタル酸ジオクチル乳濁水と、3%のAluminium Oxide Cを含むものの放置3日後の状態である。調製はディゾルバー分散機を使っておこなわれた。

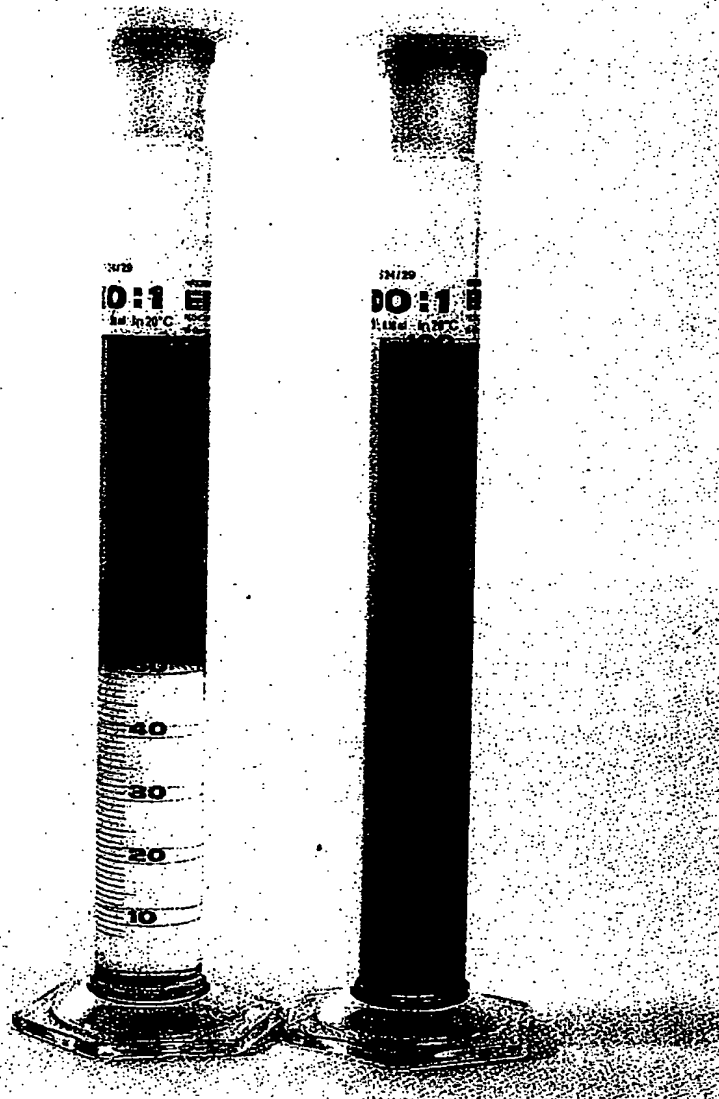


図25：メチレンブルーで着色したDOPエマルジョン：右は3%Aluminium Oxide C添加、左は添加無し

すでに2.1項で述べたように Aluminium Oxide Cは、AEROSIL 200と一緒に使えば、極性液体の増粘とチキソトロピー改善のための充分な効果が得られる。ここで“極性”とは液体分子が水素架橋を形成する能力という意味である。液体系における充填剤または顔料の沈降もはっきり改善することができる。AEROSIL COK 84は“粗面研磨”用のダイヤモンド懸濁液の安定化、中ぐり加工洗浄液の増粘あるいは織物染色染料のチキソトロピー改善に使われる。図26は2.5%のAEROSIL 200と2.5%のAEROSIL COK 84による0.3%ダイヤモンド粉末懸濁水の安定化を示している。

ポリエステルまたはアクリル酸塩系のプラスチックの防炎仕上げにAluminium Oxide Cが使われることも注目すべきである。この効果にとって重要なのは粒子が極めて小さいことであって、材料固有の特性ではないと思われる(48)(49)。

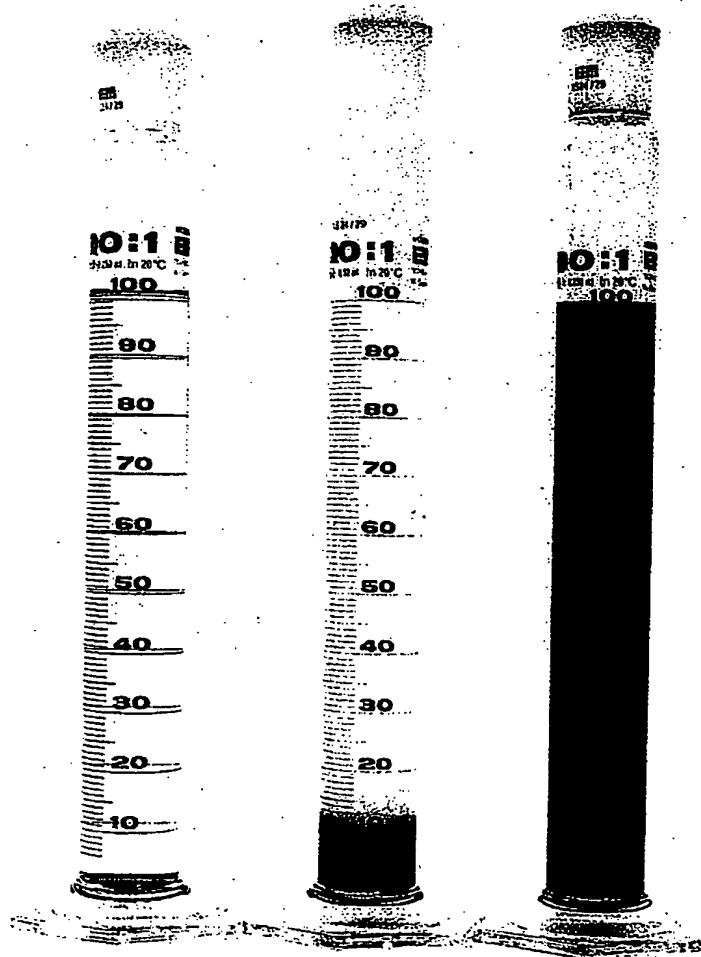


図26：0.3%ダイヤモンド粉末(粒子の大きさ $3\mu\text{m}$)懸濁水：それぞれ添加物無し(左)、2.5% AEROSIL 200添加(中央) および2.5%AEROSIL COK 84添加(右)

Aluminium Oxide Cは、紙にプラスチックをラミネートするときその接着力を高める。これは水分散液の形で紙に塗布すると、その表面を平滑にして孔を塞ぐ。正の電荷によってこれは、負のセルローズ繊維に非常によく付着する(44)(45)。プラスチック層が処理済みの紙の表面によく固定されることは、静電的作用と物理的作用によって説明できる。

磁化できる加工部品の微細な傷の有無を非破壊検査するために、表面に蛍光物を吸着させた磁化粉が使用される。加工部品に電流を流すと、微細な傷の部分で磁界の散乱が生じる。そしてその部分に磁化粉を塗布すると、その粉は捕捉される。過剰な粉は吹き飛ばされて、微細な傷の部分は紫外線ランプの光で見えるようになる。Aluminium Oxide Cの応用は、この磁化粉末の流動性を改良して、微細な傷の部分以外の場所への吸着を防止できる(46)(47)。この検出粉末のおもな応用分野は航空機製造におけるタービン部品の検査である(表紙の写真参照)。

応 用 分 野	効 果	文 献
窒化アルミニウムの製造	原 料	JP-PS 62/260705(1987) JP-PS 61/178409(1986) 日本セメント
インクジェット箱	つや出し、シーリング	JP-PS 61/277481(1986) キャノン
熱 転 写	付着の低減	JP-PS 61/164887(1986) 松下電器
ケーブル絶縁	絶縁破壊に対する強さの向上	US-PS 4493873(1958)、GE
高圧絶縁体	レオロジー、懸濁剤	US-PS4479990(1984) Westinghouse
透明コーティング	レオロジー、強化	US-PS 4343857(1982) Goodyear Aerospace
顔料を含むアクリル酸塩懸濁液	懸濁剤	US-PS 4314932(1982) シンロイヒ
はんだ付けストップマスク (Loetstopmmaske)	レオロジー	EU-PS 0075537(1982) Ciba-Geigy
IC製造用の光抵抗	レオロジー	WO 81/00310(1981)、3M
銅板のコーティング	熱と放射線に対する保護	GB-PS 1594234(1981) UK Atomic Energy
断熱混合物	温度変化に対する安定性	US-PS 4221672(1980) Micropore
粉体ラッカー	流動助剤、付着性の向上	US-PS 4183840(1980) 積水
ヘアシャンプー	潤滑性の向上	US-PS 3819827(1974) Wella

表 1 : Aluminium Oxide Cのその他の応用分野

触媒キャリアの製造には、粒子が小さく、純度が高く、比表面積が大きいことからAluminium Oxide Cが使用される。内部表面がないことにより活性成分を自由に利用することができ、反応物と反応生成物の内部拡散を最小限に抑えられる。Degussa社が開発した方法によれば、Aluminium Oxide Cの割合が90%を超える成形体をつくるのが可能である。Aluminium Oxide Cは固体燃料において特別な触媒効果を示す。その場合燃焼は、意図的にその添加量を変えることによって制御することができる⁵²⁾。高温加水分解によって製造された金属酸化物の触媒作用は当社の技術レポートNo.21で説明している。

つい先頃には、ゾル・ゲル技術を使って、Aluminium Oxide Cから例えばナトリウムランプ用の酸化アルミニウムのガラスを製造する実験もおこなわれている⁵³⁾。この場合、組織が熱力学的にあまり安定していないことが明らかに欠点である。焼結プロセス中に於てコントロール外の位相変化を防ぐには、ゾルをつくる前に α 形に変換することが必要である。

特許文献ではAluminium Oxide Cについてさらに表1に記載したような応用が挙げられている。

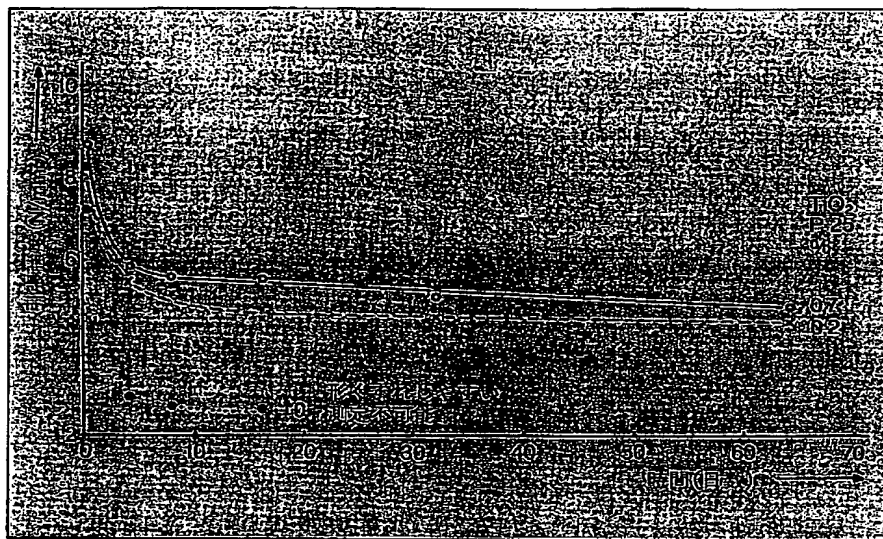


図27：Titanium Dioxide P25を加えないシリコンゴムとそれを加えたものを250°Cで熱成させた後の、時間の関数で表した引張強度の経時変化

5.2

Titanium Dioxide P25

HTV シリコンゴムでは Titanium Dioxide P25は熱に対する安定剤としての応用がある。その効果はチタン(4+)イオンの還元作用によるものである。これは電子を吸収し、ポリマーに熱負荷がかかった状態で発生してコントロール外の置合作用と酸化反応を引き起こす可能性のある遊離基を無害のものにする。添加量は通常1%未満である。その高い効果と極端に小さい粒子によって、透明性または色彩特性が損なわれることはない。図27は、250°Cで熱成させたあとのシリコンゴムの引張強度の経時変化を、Titanium Dioxide P25を加えないものと加えたものについて、時間の関数で示したものである。

チタン酸バリウムの製造には原料として Titanium Dioxide P25を使うことができる。炭酸バリウムとの固体反応では、アナタースの割合が高く粒子が微細であることが、転換と最終生成物の特性に有利に作用する。希土類酸化物を加えたチタン酸バリウムは、その電気抵抗から見て温度係数がポジティブで、100°Cを超えると飛躍的に大きくなるので、サーミスタとして電気・電子工業で使われはじめている。

Titanium Dioxide P25について特許文献ではさらに表3に記載するような応用が挙げられている。

5.3

酸化ジルコニウム試作品

前述の通り酸化ジルコニウム試作品はまだ導入段階にある。この製品は粒子が微細であることによりゾル・ゲルプロセスの実施や、コンパクトでドープされた成形体の製造が可能になる。現在のところ次のような応用分野が目立っている。

- 構造用セラミック
- 耐火材料
- 電気用セラミック
- "Synrocs"
- セラミックフィルタ
- 研磨剤
- 触媒キャリアー
- 充填剤
- "Wash Coat"
- 吸着剤/キャリアー

応 用 分 野	効 果	文 献
高圧絶縁材	アンチ・トラッキング	EU-PS 218461 (1987) Raychem
ICキャリアー・プレート	解像度向上	JP-PS 62/28241 (1987) 日立
ト ナ ー	流動助剤	JP-PS 62/172372 (1987) ミノルタ
蛍 光 管	保護コーティング	US-PS 4379981 4373044 (1983) Westinghouse
ト ナ ー	流動助剤	JP-PS 59052255 (1982) リコー
バッテリー・セパレータ	充 填 剤	US-PS 4327164 (1982) Grace
ポリスチロール	流動助剤	EU-PS 37093 (1981) BASF

表3：Titanium Dioxide P25の様々な応用分野

6

産業衛生および安全性

Aluminium Oxide C、Titanium Dioxide P25および酸化ジルコニウム試作品は生理学的にはまったく問題ない。LD₅₀値は、経口の場合でラットの体重1kgにつき前二者が10,000mg以上、後者が5,000mg以上となっている。取り扱いの際は、空気1 m³あたりの微細粉塵の量が6 mgという一般的な塵の限界値に注意が必要である。

粉体の取扱いについては当社の技術レポートNo.18に説明している。

ここに挙げた高分散性の金属酸化物はとりわけプラスチックとの摩擦により静電的に帯電する傾向がある。したがって可燃性の液体が存在するところでは防爆の装置を使って作業し、十分な接地を心がける必要がある。

Aluminium Oxide C、Titanium Dioxide P25及び酸化ジルコニウム試作品はEINECS(ヨーロッパ)、TSCA(米国)、AICS(オーストラリア)、さらには既存・新規化学物質ハンドブック(MITI、日本)に記載されている。これらの製品はスイスの毒物規定法により毒物等級外(gift-klassenfrei)である。

- (1) DE-PS 870 242 Degussa (1941)
- (2) AEROSIL-Prospekt, Firmenschrift der Degussa AG Frankfurt/Main (1986)
- (3) Ulrich G. D., C&EN, Aug. 6., 23, (1984)
- (4) Brunauer S., Emmett P. H., Teller E., J. Am. Chem. Soc. **60**, 309 (1938)
- (5) Rabinovich E. M., Johnson D. W., MacChesney J. B., Vogel E. M., J. Am. Ceram. Soc. **66** (10), 683 (1983)
- (6) Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, Band 7, S. 98, Verlag Chemie, Weinheim/Bergstraße (1974)
- (7) Peri J. B., J. Physic. Chem. **69**, 220 (1969)
- (8) Lyklema J., Chem. and Ind. **21**, 741 (1987)
- (9) Matec Instruments, Application Note ESA 3
- (10) Tschapek M., Wasowski C., Torres-Sanchez R. M., J. Electroanal. Chem. **74**, 167 (1976)
- (11) Tischinger-Wagner H., Endres W., Rupprecht H., Weingart A., Pharmazie **42** (5), 320 (1987)
- (12) Tischinger-Wagner H., Endres W., Rupprecht H., Weingart A., Pharmazie **42** (6), 389 (1987)
- (13) Baumgarten E., Zachos A., Z. Phys. Chem. **127**, 99 (1981)
- (14) Furrer G., Stumm W., Chimia **37** (9), 338 (1983)
- (15) Kummert R., Stumm W., J. Colloid Interface Sci. **75** (2), 373 (1980)
- (16) Plavsic M., Bilinski H., Branica M., Marine Chemistry **21**, 151 (1987)
- (17) Hund F., Angew. Chem. **93**, 763 (1981)
- (18) Criado J., Real C., J. Chem. Soc. Faraday Trans. **1**, 79, 2765 (1983)
- (19) Boehm H.-P., Chem.-Ing. Techn. **46**, 716 (1974)
- (20) Boehm H.-P., Angew. Chemie. **78**, 617 (1966)
- (21) Boehm H.-P., Kolloid-Z., Z. Polymere **227**, 17 (1968)
- (22) Knoezinger H., Z. phys. Chem. **69**, 108 (1970)
- (23) Zlotnick J., Manyatsche B., Mitteilung der Universität Fort Hare, Ciskei, (1984)
- (24) Hoffmann R., Angew. Chem. **99**, 871 (1987)
- (25) Boettcher H., Z. Chem. **25** (6), 206 (1985)
- (26) Graetzel M., Acc. Chem. Res. **14**, 376 (1981)
- (27) Houlding V. H., Graetzel M., J. Am. Chem. Soc. **105**, 5695 (1983)
- (28) Kiwi J., Graetzel M., J. Phys. Chem. **88**, 1302 (1984)
- (29) Yesodharan E., Graetzel M., Helv. Chim. Acta **66**, 2145 (1983)
- (30) Enea O., Ali A., Adv. hydrogen Energy **5** (Hydrogen Ener. Prog. 6), 506
- (31) Kiwi J., J. Phys. Chem. **89**, (12), 2437 (1985)
- (32) Voelz H. G., Kaempfe G., Klaeren A., Farbe + Lack **82** (9), 805 (1976)
- (33) Malati M. A., Seager N. J., J. Oil Chem. Assoc. **64**, 231 (1981)
- (34) Fujihira M., Satoh Y., Osa T., Nature **293**, 206 (1981)

- (35) Matthews R. W., Chem. and Ind. 1, 28 (1988)
- (36) Cobb. R. J., Malati M. A., React. Kinet. Catal. Lett. 21, (3), 397 (1982)
- (37) Rophael M. W., Malatal M. A., J. Chem. Soc., Chem. Commun. 1418 (1987)
- (38) Matthews R. W., SunWorld 9 (1), 3 (1985)
- (39) Nakano Y., Iizuka T., Hattori H., Tanabe K., J. Catal. 57, 1 (1979)
- (40) Wagner E., Bruenner H., Angew. Chem. 72, 744 (1960)
- (41) JP-PS 54/43887 Mitsubishi Electric (1979)
- (42) DE-PS 2646610 Philips Electric (1976)
- (43) US-PS 4058639 GTE Sylvania (1977)
- (44) US-PS 4363998 Westinghouse (1982)
- (45) Bormann M., Technik heute (5), 50 (1987)
- (46) EP-PS 110223 Bayer (1983)
- (47) US-PS 4373044 Ciba-Geigy (1983)
- (48) DE-OS 2641266 Schoeller (1977)
- (49) DE-OS 2750244 Schoeller (1978)
- (50) CD-PS 1130707 Magnaflux (1982)
- (51) SU-PS 1030708 Kachanovskii (1981)
- (52) Munson W. O., Walker R. B., McGee L. R., AIAA/SAE 13th Propulsion Conference, Burning rate modifier effects on a high rate tactical propellant (1977)
- (53) Clasen R., Jahrestagung der deutschen keramischen und glas-technischen Gesellschaft, Herstellung von Glas und Keramik durch Sintern kolloidaler, aus der Gasphase abgeschiedener Teilchen (1987)
- (54) JP-PS 49000450 Pola (1974)
- (55) JP-PS 4742502 Shiseido (1972)
- (56) DE-OS 203 2865 ITEK (1971)
- (57) GB-PS 1293271 ITEK (1972)
- (58) Vannice M. A., Garten R. L., J. Catal. 63, 255 (1980)
- (59) Vannice M. A., Garten R. L., J. Catal. 66, 242 (1980)
- (60) DE-OS 2712909 Exxon (1977)
- (61) DE-OS 3010710 Huels (1981)
- (62) US-PS 4228040 Phillips Petroleum (1980)
- (63) DE-AS 2443262 Mitsubishi Chemical (1974)
- (64) DE-OS 3217751 Degussa (1982)
- (65) Othani B., Adzuma S., Nishimoto S., Kagiya T., J. Polym. Sci. Part C 25, 383 (1987)
- (66) US-PS 4310444 Toray (1982)
- (67) US-PS 4288360 General Electric (1981)
- (68) EP-PS 51212 Bayer (1981)
- (69) MAK-Werte, Berufsgenossenschaft der chemischen Industrie (1986)

原文 : Hochdisperse Metalloxide nach dem
AEROSIL® -Verfahren
(Degussa社 Schriftenreihe Pigmente
No. 56)
著者 : Degussa社 Dr. Manfred Ettlinger

高分散性金属酸化物の 物理化学データ

		Aluminium Oxide C	Titanium Dioxide P25
CAS 登録番号		1344-28-1	13463-67-7
水に対する挙動		親水性	
外 観		ふわふわした白い粉末	
BET法による表面積 ¹⁾	m ² /g	100±15	50±15
一次粒子の平均径	nm	ca.13	ca.21
見掛け比重	g/l	ca.50	ca.130
比 重 ¹⁰⁾	g/ml	ca.3.2	ca.3.7
乾燥減量(包装時) ²⁾ (105°Cで2時間)	%	<5	<1.5
灼熱減量 ³⁾ (1000°Cで2時間)	%	<3	<2
PH値 ⁴⁾ (4%分散水)		4.5-5.5	3.5-4.5
SiO ₂ ⁵⁾	%	<0.1	<0.2
Al ₂ O ₃ ⁶⁾	%	>99.6	<0.3
Fe ₂ O ₃ ⁷⁾	%	<0.2	<0.01
TiO ₂ ⁸⁾	%	<0.1	>99.5
ZrO ₂ ⁹⁾	%	—	—
HfO ₂ ⁹⁾	%	—	—
HCl ¹⁰⁾	%	<0.5	<0.3
粗粒分 ⁹⁾ (MOCKER法による、45μm)	%	<0.05	<0.05
包装単位(正味)	kg	10	10
		輸 入 品	国 産 品

1998.12現在

- 1) DIN 88131による。
- 2) DIN ISO 787/XI, JIS K 5101/18 (節かけせず) による。
- 3) DIN ISO 787/II, ASTM D 280, JIS K 5101/21による。
- 4) DIN 55921, ASTM D 1208, JIS K 5101/23による。
- 5) DIN ISO 787/IX, ASTM D 1208, JIS K 5101/24による。
- 6) DIN ISO 787/XVII, JIS K 5101/20による。
- 7) 105°Cで2時間乾燥させた物質についてのもの。
- 8) 1000°Cで2時間灼熱した物質についてのもの。
- 9) HCl含有量は灼熱減量の一部。
- 10) 空気対比ピクノメータで測定。

AEROSIL のテクニカルデータ

グレード	AEROSIL (標準品)					
	50	90G	130	200	200V	200CF
C A S 登 録 番 号	7631-86-9 (new No.112945-52-5)					
水 に 対 す る 挙 動	親 水 性					
主 要 特 性 (白 色 粉 末)	比表面積が最も小さく増粘性が低いので液体中への高濃度分散が可能である。	比表面積が比較的小さく、樹脂への高充填及び押し出し性が高い。	増粘性が低く、特に冷加硫型シリコーンゴムの増強充填剤に適する。	増粘、増強、チキソトロピーの用途に最も広く使用される標準タイプ。	見掛け比重を大きくした製品で粉塵の発生が少ない。	見掛け比重の小さい製品で分散性にすぐれている。
BET法による比表面積 m^2/g	50±15	90±15	130±25	200±25	200±25	200±25
4 % 水分散液中の pH 値	4.3~5.0	4.2~4.8	4.0~4.5	4.0~4.5	4.0~4.5	4.0~4.5
1 次粒子の平均径 nm	約 30	約 20	約 16	約 12	約 12	約 12
見 掛 比 重 g/l	約 50	約 50	約 50	約 50	約 100	約 30
1,000°C 2hrs 灼熱減量 %	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
炭素含有率 %	—	—	—	—	—	—
SiO ₂ 含有率 ⁽²⁾ %	>99.9	>99.9	>99.9	>99.9	>99.9	>99.9
Al ₂ O ₃ 含有率 ⁽²⁾ %	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
Fe ₂ O ₃ 含有率 ⁽²⁾ %	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
TiO ₂ 含有率 ⁽²⁾ %	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
HCl 含有率 ⁽²⁾ %	<0.015	<0.015	<0.007	<0.005	<0.005	<0.005
粗粒 (Mocker法) %	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
包 装 (net) kg	5	5	5	5	10	5, 10

グレード	デグサ社より					
	AEROSIL (特殊品)					
	R202	R805	R812	R812S	OX50	TT600
C A S 登 録 番 号	67762-90-7	92797-60-9	68908-20-6	68909-20-6	7631-86-9(new No.112945-52-5)	
水 に 対 す る 挙 動	疎 水 性					
主 要 特 性 (白 色 粉 末)	ジメチルシリコンオイルで表面処理した製品で高い疎水性を有する。	オクチルシランで表面処理した製品で疎水性を有する。	トリメチルシリル基で表面処理した製品で高い疎水性と細かい粒子を有する。	R812と同様にトリメチルシリル基で表面処理した製品で、より高い疎水性を有する。	比表面積が小さく大きい粒径をもつ特殊品で凝集する傾向が少ない。	二次凝集が大きいので特殊な系のツヤ消しに適している。
BET法による比表面積 m ² /g	100±20	150±25	260±30	220±25	50±15	200±50
4 % 水分散液中の pH 値	4～6 ⁽¹⁾	3.5～5.5 ⁽¹⁾	5.5～8.2 ⁽¹⁾	5.5～8.2 ⁽¹⁾	3.8～4.8	3.6～4.5
1 次粒子の平均径 nm	約 14	約 12	約 7	約 7	約 40	約 40
見 掛 比 重 g/l	約 50	約 50	約 50	約 50	約 130	約 60
1,000°C 2hrs灼熱減量 %	4～6	5～7	1.0～2.5	1.5～3.5	< 1	< 2.5
炭素 含有率 %	約 5	約 6	約 2.5	約 3.5	—	—
SiO ₂ 含有率 ⁽²⁾ %	>99.8	>99.8	>99.8	>99.8	>99.8	>99.8
Al ₂ O ₃ 含有率 ⁽²⁾ %	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.08	<0.05
Fe ₂ O ₃ 含有率 ⁽²⁾ %	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.003
TiO ₂ 含有率 ⁽²⁾ %	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03
HCl 含有率 ⁽²⁾ %	<0.025	<0.025	<0.025	<0.025	<0.025	<0.025
粗粒 (Mocker法) %	—	—	—	—	<0.2	<0.05
包 装 (net) kg	10	10	10	10	10	10

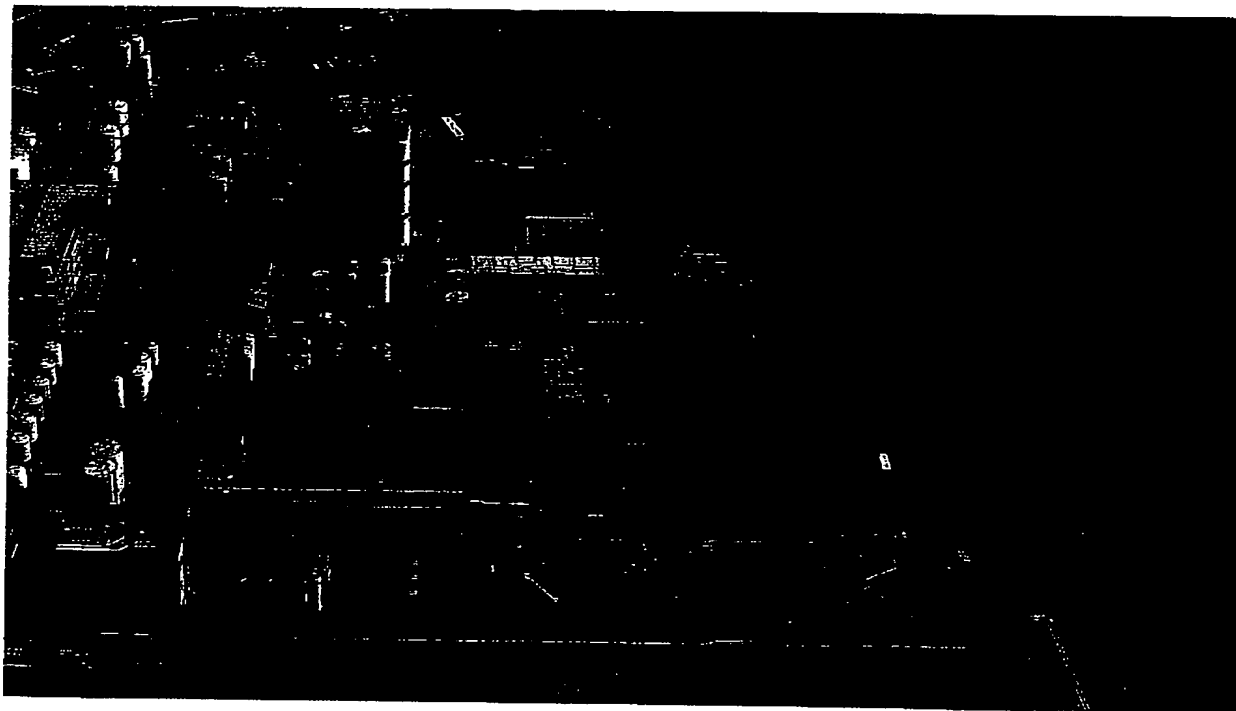
(1)水:メタノール=1:1溶液中 (2)1000°C、2時間灼熱後の物質に基づく分析値

国産品				AEROSIL (特殊品)			
MOOFAD	300	300CF	380	R972	R972V	R972CF	R974
				68611-44-9 (new No.60842-32-2)			
				疎水性			
本品添加用としての認可を得たグレードで固結防止に適している。	より小さい粒子径をもった製品で、特にすぐれた増粘作用を有する。	見掛け比重の小さい製品で分散性にすぐれている。	最大の比表面積をもち、特に強いデキストロビンを要求する場合に適する。	化学的に表面をCH ₃ グループで覆って疎水化したAEROSILである。	R972の見掛け比重を大きくしたグレードで粉塵の発生が少ない。他の特性は同じ。	R972の見掛け比重を小さくしたグレードでフレークが少なく分散性にすぐれている。他の特性は同じ。	R972と同様に表面をCH ₃ 基で覆って疎水化したAEROSILでより細かい粒子径をもっている。
200±25	300±30	300±30	380±30	110±20	110±20	110±20	170±20
1.0~4.5	3.8~4.3	3.8~4.3	3.8~4.3	4.0~5.5 ⁽¹⁾	4.0~5.5 ⁽¹⁾	4.0~5.5 ⁽¹⁾	3.8~5.0 ⁽¹⁾
約 12	約 7	約 7	約 7	約 16	約 16	約 16	約 12
約 30	約 50	約 30	約 50	約 50	約 90	約 30	約 50
< 1	< 2	< 2	< 2.5	< 2	< 2	< 2	< 2
—	—	—	—	約 1	約 1	約 1	約 1
>99.9	>99.9	>99.9	>99.9	>99.8	>99.8	>99.8	>99.8
<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	—	—	—	—
5	5	5, 10	5	10	15	10	10

輸入品				国産品	
10X80	MOX170	COK84	酸化アルミニウム C	二酸化チタン T805	二酸化チタン P25
7631-86-9 と 1344-28-1			1344-28-1	100209-12-9	13463-67-7
親水性			疎水性		
SiO ₂ 約 1 % を含む SiO ₂ の混合物で水分分散性、他の特殊目的。	MOX80 同様 Al ₂ O ₃ 1 % と SiO ₂ の混合物でより細かい粒子径をもつ。	SiO ₂ と Al ₂ O ₃ が 5 : 1 の混合物で特に水や他の極性系の増粘に適する。	AEROSIL と同じ気相法でつくられた高純度超微粒子状の酸化アルミニウム。	TiO ₂ P25 の表面をオクテシルシランで化学的に処理した疎水性グレードで分散性にすぐれている。	AEROSIL と同じ気相法でつくられた高純度超微粒子状の酸化チタン。
80±20	170±30	170±30	100±15	45±10	50±15
1.6~4.5	3.6~4.5	3.6~4.3	4.5~5.5	3.0~4.0 ⁽¹⁾	3.5~4.5
約 30	約 15	—	約 13	約 21	約 21
約 60	約 50	約 50	約 50	約 200	約 130
< 1	< 1	< 1	< 3	< 5	< 2
—	—	—	—	2.7~3.7	—
>98.3	>98.3	82~86	<0.1	<2.5	<0.2
0.3~1.3	0.3~1.3	14~18	>99.6	<0.3	<0.3
<0.01	<0.01	<0.1	<0.2	<0.01	<0.01
<0.03	<0.03	<0.03	<0.1	>97.0	>99.5
<0.025	<0.025	<0.1	<0.5	<0.3	<0.3
<0.1	<0.1	<0.1	<0.05	—	<0.05
10	10	10	10	20	10

国産品	
表面処理品	
RX200	RY200
68909-20-6	67762-90-7
疎水性	
トリメチルシリル基で表面処理した製品で R 812 より粒子径が大きい。	ジメチルシリコンオイルで表面処理した製品で R 202 より粒子径が小さい。
140±25	100±20
5.5~8.5 ⁽¹⁾	4~7 ⁽¹⁾
約 12	約 12
約 50	約 50
1.5~3.5	4~6
約 2	約 5
>99.8	>99.8
<0.01	<0.01
<0.001	<0.001
<0.01	<0.01
<0.01	<0.01
—	—
5	5

BET, pH は規格値です。 1998.12 現在



日本アエロシル(株) 四日市工場



日本アエロシル株式会社

(三菱マテリアル(株)・デグサ社出資)

本社／〒163-0913 東京都新宿区西新宿2丁目3番1号
市場開発部 新宿モノリス13階(私書箱7015号)
TEL.03(3342)1789 FAX.03(3342)1761

大阪営業所／〒542-0081 大阪市中央区南船場2丁目1番10号
船場モンブランビル5階
TEL.06(6263)6461 FAX.06(6263)9151

四日市工場／〒510-0841 三重県四日市市三田町3番地
市場開発部 TEL.0593(45)5270 FAX.0593(46)4657

AT 7-100

初版 91. 7. 1,000
改訂版(1) 94. 1. 1,000
改訂版(2) 98. 12. 500

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.